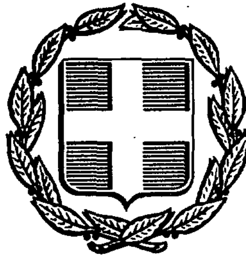


ΕΦΗΜΕΡΙΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ
ΤΗΣ ΕΛΛΗΝΙΚΗΣ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑΣ

ΑΘΗΝΑ 28 ΦΕΒΡΟΥΑΡΙΟΥ 1991	ΤΕΥΧΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ	ΑΡΙΘΜΟΣ ΦΥΛΛΟΥ 109

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ ΚΑΙ ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Ορισμός μελών Ειδικής Επιτροπής σύνταξης Κώδικα Μεταναστεύσεως και Αποδημίας. 1

Εφαρμογή Κοινοτικών Πράξεων που αφορούν Καλλυντικά προϊόντα. 2

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ & ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Αριθ. 65281 (1)

Ορισμός μελών Ειδικής Επιτροπής σύνταξης Κώδικα Μεταναστεύσεως και Αποδημίας.

Ο ΥΠΟΥΡΓΟΣ ΕΣΩΤΕΡΙΚΩΝ

Έχοντας υπόψη:

1. Τις διατάξεις των άρθρων 1, 2 και 3 του Νόμου 1084/1980 «Περί συγκροτήσεως Επιτροπών προς σύνταξη Κωδίκων νομοθεσίας αρμοδιότητας του Υπουργείου Εσωτερικών».

2. Τις διατάξεις της παρ. 2 του άρθρου 4 και των παρ. 1 και 2 του άρθρου 10 του Νόμου 1232/82.

3. Την 5870/81 απόφαση του Υπουργού Εσωτερικών «Περί ορισμού μελών Επιτροπής Συντάξεως Κώδικα Μεταναστεύσεως και Αποδημίας».

4. Την 2073807/7762/0022/22.11.90 κοινή Απόφαση των Υπουργών Εσωτερικών και Οικονομικών με την οποία παρατείνεται η λειτουργία της Ειδικής Επιτροπής για σύνταξη Κώδικα Μεταναστεύσεως και Αποδημίας νομοθεσίας αρμοδιότητας του Υπ. Εσωτερικών.

5. Την σχετική προς το σκοπό αυτό πρόταση του Ελεγκτικού Συνεδρίου που διατυπώθηκε με το ΦΓ4/2338/1.2.91 έγγραφό του.

6. Το γεγονός ότι ορισμένα μέλη της εν λόγω επιτροπής που ορίσθηκαν με την προαναφερθείσα 5870/81 απόφασή μας δεν έχουν πλέον την ιδιότητα της κυρίας των θέσεων λόγω συνταξιοδότησης, μετάθεσης κ.λπ. και ως εκ τούτου πρέπει ν' αντικατασταθούν, αποφασίζουμε:

Τροποποιούμε την ανωτέρω υπ' αριθμ. 5870/81 απόφασή μας και ορίζουμε ως κατωτέρω τη νέα σύνθεση της Ειδικής Επιτροπής Σύνταξης Κώδικα Μεταναστεύσεως και Αποδημίας:

1. Δημήτριο Μαυρουδέα, Σύμβουλο του Ελεγκτικού Συνεδρίου.
2. Δημήτριο Αθανασόπουλο, Καθηγητή Πανεπιστημίου Πειραιώς.
3. Παναγιώτη Βαλάκη.
4. Ηλία Καρυτιανό.
5. Λάζαρο Γκεσσόπουλο.

Πρόεδρο της Επιτροπής ορίζουμε το πρώτο μέλος, αναπληρούμενο στην προεδρία σε περίπτωση απουσίας ή κωλύματος από το δεύτερο μέλος.

Χρέη γραμματέα ανατίθενται στην Αφροδίτη Κασιάρη αναπληρούμενο από την Μπακαβέλου Ευθυμία.

Η παρούσα να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 12 Φεβρουαρίου 1991

Ο ΥΠΟΥΡΓΟΣ

Σ. ΚΟΥΒΕΛΑΣ

Αριθ. Α6/10787 (2)

Εφαρμογή Κοινοτικών Πράξεων που αφορούν Καλλυντικά προϊόντα.

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ ΥΓΕΙΑΣ, ΠΡΟΝΟΙΑΣ ΚΑΙ ΚΟΙΝΩΝΙΚΩΝ ΑΣΦΑΛΙΣΕΩΝ ΚΑΙ ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ

Έχοντας υπόψη:

1. Τις διατάξεις του άρθρου 1 παρ. 1 και παρ. 3 του Ν. 1338/1983 «εφαρμογή του Κοινοτικού δικαίου» (ΦΕΚ 34 τ.Α'/17.3.1983) όπως τροποποιήθηκε από το άρθρο 6 του Ν. 1440/1984 (ΦΕΚ 70/21.5.1984) «Συμμετοχή της Ελλάδας στο κεφάλαιο, στα αποθεματικά και στις προβλέψεις της Ευρωπαϊκής Τράπεζας Επενδύσεων, στο κεφάλαιο της Ευρωπαϊκής Κοινότητας Άνθρακος και Χάλυβος και τον Οργανισμό Εφοδιασμού της EURATOM» και τροποποιήθηκε από το άρθρο 7 του Ν. 1775/88 (ΦΕΚ Α' 101/88).

2. Τα άρθρα 14 παρ. 4 και 2 εδ. κ' του Ν. 1316/1983 «Ίδρυση, οργάνωση και αρμοδιότητες του Εθνικού Οργανισμού Φαρμάκων (Ε.Ο.Φ.) της Εθνικής Φαρμακοβιομηχανίας (Ε.Φ.), της Κρατικής Φαρμακαποθήκης (Κ.Φ.) και τροποποίηση και συμπλήρωση της Φαρμακευτικής Νομοθεσίας και άλλες διατάξεις» (ΦΕΚ 3Α'/11.1.1983).

3. Την υπ' αριθ. Υ.1250/15.1.1991 απόφαση του Πρωθυπουργού «Συμπλήρωση της Υ 1201/5.10.90 Απόφασης του Πρωθυπουργού» (ΦΕΚ Β/10).

4. Την απόφαση του Πρωθυπουργού «Καθορισμός αρμοδιοτήτων του Αναπλ. Υπουργού Υγείας, Πρόνοιας και Κοιν. Ασφαλίσεων Γεωργίου Σούρλα» υπ' αριθ. Υ. 1059 της 3.5.90 (ΦΕΚ 295/τ.Β'/3.5.90).

5. Το Π.Δ. 532/1981 «περί εναρμονίσεως της Εθνικής Νομοθεσίας περί καλλυντικών προς την αντίστοιχον κοινοτικήν» (ΦΕΚ Α' 138).

6. Την υπ' αριθ. Ο–938/23η/31.10.90 απόφαση του ΔΣ/ΕΟΦ, αποφασίζουμε:

Άρθρο 1

Σκοπός

Οι διατάξεις αυτής της Υπουργικής απόφασης αποσκοπούν στην προσαρμογή της Ελληνικής Νομοθεσίας στον τομέα των καλλυντικών προϊόντων προς την αντίστοιχη κοινοτική οδηγία 90/207/ΕΟΚ/4.4.90 για την τροποποίηση της δεύτερης οδηγίας 82/434/ΕΟΚ σχετικά με την προσέγγιση των νομοθεσιών των κρατών – μελών για τις αναλυτικές μεθόδους που απαιτούνται για τον έλεγχο της σύνθεσης των καλλυντικών προϊόντων.

Άρθρο 2

Το κεφάλαιο XI (ανίχνευση και προσδιορισμός φορμαλδεΰδης) της

Υπ. απόφασης Α6Γ/11335/1986 (ΦΕΚ 105 τ.Α'/14 Μαρτίου 1986) αντικαθίσταται από το κείμενο της οδηγίας 90/207/ΕΟΚ ως εξής:

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΕΛΕΥΘΕΡΗΣ ΦΟΡΜΑΛΔΕΫΔΗΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η μέθοδος περιγράφει μία ανίχνευση και δύο προσδιορισμούς ανάλογα με την παρουσία ή όχι ουσιών που απελευθερώνουν φορμαλδεΰδη. Εφαρμόζεται σε όλα τα καλλυντικά προϊόντα.

1.1. ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ

1.2. ΓΕΝΙΚΟΣ ΧΡΩΜΑΤΟΜΕΤΡΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΜΕ ΑΚΕΤΥΛΑΚΕΤΟΝΗ

Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται όταν η φορμαλδεΰδη έχει χρησιμοποιηθεί μόνη ή σε συνδυασμό με άλλα συντηρητικά, που δεν ελευθερώνουν φορμαλδεΰδη.

Σε αντίθετη περίπτωση και όταν το αποτέλεσμα υπερβαίνει την ανώτατη επιτρεπόμενη συγκέντρωση στο τελικό προϊόν, χρησιμοποιείται η επόμενη μέθοδος επιβεβαίωσης.

1.3. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΑΡΟΥΣΙΑΣ ΟΥΣΙΩΝ ΠΟΥ ΕΛΕΥΘΕΡΩΝΟΥΝ ΦΟΡΜΑΛΔΕΫΔΗ

Στην παρούσα μέθοδο κατά την εφαρμογή της οι ουσίες που απελευθερώνουν φορμαλδεΰδη διασπώνται και οδηγούν σε πολύ υψηλά αποτελέσματα (ελεύθερη και ενωμένη φορμαλδεΰδη). Γι' αυτό πρέπει να διαχωρίζεται η ελεύθερη φορμαλδεΰδη με υγρή χρωματογραφία.

2. ΟΡΙΣΜΟΣ

Η περιεκτικότητα του δείγματος σε ελεύθερη φορμαλδεΰδη, που προσδιορίζεται με την παρούσα μέθοδο, εκφράζεται σε εκατοστιαίο ποσοστό κατά μάζα φορμαλδεΰδης.

3. ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ

3.1. ΑΡΧΗ

Η φορμαλδεΰδη ελεύθερη και δεσμευμένη, παρέχει, σε περιβάλλον θετικών ιόντων, ροζ ή μωβ χρωματισμό παρουσία του αντιδραστηρίου SCHIFF.

3.2. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

Όλα τα αντιδράστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας και το νερό να είναι απιονισμένο.

3.2.1. Φουξίνη

3.2.2. Ένυδρο θειώδες νάτριο με 7 μόρια H_2O

3.2.3. Πυκνό υδροχλώριο d = 1,19

3.2.4. Θειικό οξύ περίπου 1 Μ

3.2.5. Αντιδραστήριο SCHIFF

Μέσα σε ποτήρι ζέσεως ζυγίζονται 100 mg φουξίνης (3.2.1.) Διαλύονται σε 75 ml νερού σε 80°C. Αφού ψυχθούν, προστίθενται 2,5 g θειώδους νατρίου (3.2.2.) και 1,5 ml υδροχλωρικού οξέος (3.2.3.). Συμπληρώνεται ο όγκος στα 100 ml. Διατηρείται επί 2 εβδομάδες.

3.3. ΠΟΡΕΙΑ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

3.3.1. Σε ποτήρι ζέσεως των 10 ml εισάγονται περίπου 2 g δείγματος.

3.3.2. Προστίθενται 2 σταγόνες H_2SO_4 (3.2.4.) και 2 ml αντιδραστηρίου SCHIFF (3.2.5.). Το αντιδραστήριο αυτό πρέπει να είναι τελείως άχρωμο τη στιγμή της χρησιμοποίησης. Το μίγμα αναδεύεται και αφήνεται να παραμείνει επί 5 min.

3.3.3. Αν παρατηρηθεί χρωματισμός ροζ ή μωβ στο διάστημα των 5 λεπτών, η ποσότητα της υπάρχουσας φορμαλδεΰδης είναι μεγαλύτερη από 0,01%. Ακολουθεί τότε προσδιορισμός της ελεύθερης και δεσμευμένης ουσίας σύμφωνα με το σημείο (4) και αν χρειάζεται, με το (5).

4. ΓΕΝΙΚΟΣ ΧΡΩΜΑΤΟΜΕΤΡΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΜΕ ΑΚΕΤΥΛΑΚΕΤΟΝΗ

4.1. ΑΡΧΗ

Η φορμαλδεΰδη αντιδρά με την ακετυλακετόνη, παρουσία οξικού αμμωνίου, προς σχηματισμό της 3–5 διακετυλο 1–4–διϋδρολουτιδίνης. Η ένωση αυτή εκχυλίζεται με βουτανόλη–1. Μετράται η απορρόφηση του εκχυλίσματος στα 410 nm.

4.2. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας και το νερό να είναι απιονισμένο.

4.2.1. Ανυδρο οξικό αμμώνιο

4.2.2. Οξικό οξύ $d_4^{20-1.05}$

4.2.3. Ακετυλακετόνη, πρόσφατα αποσταγμένη υπό ελαττωμένη πίεση, 25 mm Hg25°C που παρουσιάζει μηδενική απορρόφηση στα 410 nm.

4.2.4. Βουτανόλη –1

4.2.5. Υδροχλωρικό οξύ 1Μ

4.2.6. Υδροχλωρικό οξύ περίπου 0,1 Μ

4.2.7. Υδροξείδιο του νατρίου 1 Μ

4.2.8. Διάλυμα αμύλου πρόσφατα παρασκευασμένο σύμφωνα με την ευρωπαϊκή Φαρμακοποιία (1 kg/50 mlνερό)

4.2.9. Φορμαλδεΰδη 37 – 40%

4.2.10. Τιτλοδοτημένο διάλυμα ιωδίου 0,05 Μ

4.2.11. Τιτλοδοτημένο διάλυμα θειοεθειϊκού νατρίου 0,1Μ

4.2.12. Αντιδραστήριο ακεταλακετόνης

Σε ογκομετρική φιάλη των 1.000ml διαλύονται:

150g οξικού αμμωνίου (4.2.1.)

2ml ακετυλακετόνης (4.2.3.)

3ml οξικού οξέος (4.2.2.)

Συμπληρώνεται ο όγκος στα 1.000 ml με νερό (PH του διαλύματος περίπου 6,4).

Το αντιδραστήριο αυτό πρέπει να έχει παρασκευαστεί πρόσφατα.

4.2.13. Αντιδραστήριο (4.2.12) χωρίς ακετυλακετόνη.

4.2.14. Πρότυπο διάλυμα φορμαλδεΰδης: μητρικό διάλυμα

Σε ογκομετρική φιάλη των 1.000 ml, εισάγονται 5g φορμαλδεΰδης (4.2.9.) και συμπληρώνετια ο όγκος στα 1.000 ml με νερό.

Τιτλοδότηση του μητρικού διαλύματος: Λαμβάνονται (10,00ml, προστίθενται 25,00 ml τιτλοδοτημένου διαλύματος ιωδίου (4.2.7.) (4.2.10) και 100,00 ml υδροξείδιο του νατρίου.

Αφήνεται σε ηρεμία 5 min.

Οξινίζεται με 11ml HCL (4.2.5.) και η περίσσεια του ιωδίου ογκομετρείται με τιτλοδοτημένο διάλυμα θειοθεϊκού νατρίου (4.2.11) παρουσία διαλύματος αμύλου ως δείκτη (4.2.8) 1ml διαλύματος ιωδίου (4.2.10) που καταναλώνεται αντιστοιχεί σε 1,5 mg φορμαλδεΰδης.

4.2.15. Πρότυπο διάλυμα φορμαλδεΰδης: διάλυμα χρήσεως.

5ml προτύπου διαλύματος φέρονται σε ογκομετρική φιάλη των 100ml και συμπληρώνεται με νερό.

5ml του πιο πάνω διαλύματος φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 500ml και συμπληρώνεται με νερό.

1ml αυτού του διαλύματος περιέχει περίπου 1mg φομρμαλδεΰδης. Υπολογίζεται η ακριβής περιεκτικότητα.

4.3. ΣΥΣΚΕΥΕΣ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

4.3.1. Συνήθης εξοπλισμός εργαστηρίου

4.3.2. Ηθμός «διαχωρισμού φάσεων» στοιχεία WHATMAN I PS (ή ανάλογος)

4.3.3. Φυγόκεντρος

4.3.4. Υδατόλουτρο ρυθμισμένο στους 60° C.

4.3.5. Φασματοφωτόμετρο

4.3.6. Κυψελίδες υάλου οπτικής διαδρομής 1cm.

4.4. ΠΟΡΕΙΑ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

4.4.1. Διάλυμα δείγματος

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml ζυγίζεται, με ακρίβεια 0,001 g, μάζα δείγματος (σε g), που αντιστοιχεί σε κατ' εκτίμηση ποσότητα φορμαλδεΰδης περίπου 150 mg

Συμπληρώνεται ο όγκος στα 100 ml με νερό, και αναμιγνύεται (διάλυμα S).

Εξακριβώνεται αν το PH είναι στην περιοχή του 6, διαφορετικά η διάλυση γίνεται με το διάλυμα υδροχλωρισμού οξέος (4.2.6.).

Σε κωνική φιάλη των 50 ml προστίθενται:

10,00 ml διαλύματος S

5,00 ml αντιδραστηρίου ακετυλακετόνης (4.2.12) και νερό για να ληφθεί όγκος 30 ml.

4.4.2. Μάρτυρας

Η ενδεχόμενη παρεμβολή χρωματισμού υποβάθρου στο δείγμα ελέγχου εξουδετερώνεται ως εξής:

Σε κωνική φιάλη των 50 ml προστίθενται:

10,00 ml διαλύματος S

5,00 ml αντιδραστηρίου (4.2.13) και νερό για να ληφθεί όγκος 30 ml.

4.4.3. Τυφλός προσδιορισμός

Σε κωνική φιάλη των 50 ml προστίθενται:

5,0 ml αντιδραστηρίου ακετυλακετόνης (4.2.12) και νερό για να ληφθεί όγκος 30 ml.

4.4.4. Προσδιορισμός

4.4.4.1. Αναδεύονται τα διαλύματα που παρασκευάστηκαν στα σημεία 4.4.1, 4.4.2, 4.4.3, βυθίζονται οι κωνικές φιάλες σε υδατόλουτρο, 60° C επί 10 min σε παγόλουτρο.

4.4.4.2. Τα μίγματα μεταγγίζονται σε διαχωριστική χοάνη των 50 ml που περιέχει ακριβώς 10 ml βουτανόλης -1 (4.2.4.) Εκπλύνονται με 3 έως 5 ml νερού. Αναδεύονται ισχυρά το μίγμα επί 30 sec ακριβώς. Αφήνεται να διαχωρισθεί.

4.4.4.3. Η στοιβάδα της βουτανόλης διηθείται με ηθμό «διαχωρισμού φάσεων» (4.3.2.) μέσα στις κυψελίδες μετρήσεως, η φυγοχεντρείται (3000 g επί 5 min).

4.4.4.4. Μετράται η απορρόφηση A1 στα 410 nm του εκχυλίσματος του διαλύματος δείγματος που λαμβάνεται στο σημείο (4.4.1.) έναντι του εκχυλίσματος του μάρτυρα (4.4.2.).

4.4.4.5. Κατά τον ίδιο τρόπο μετράται η απορρόφηση A2 του εκχυλίσματος του τυφλού προσδιορισμού που λαμβάνεται στο (4.4.3.) έναντι της βουτανόλης -1.

Σημείωση: Όλοι οι εν λόγω χειρισμοί πρέπει να πραγματοποιηθούν σε διάστημα 25 min από τη στιγμή που η κωνική φιάλη τοποθετείται στο υδατόλουτρο σε 60° C.

4.4.5. Καμπύλη αναφοράς

4.4.5.1. Σε κωνική φιάλη των 50 ml εισάγονται:

5,00 ml προτύπου διαλύματος χρήσεως (4.2.15)

5,00 ml αντιδραστηρίου ακετυλακετόνης (4.2.12) και νερό για να ληφθεί τελικός όγκος 30 ml.

4.4.5.2. Η εργασία συνεχίζεται σύμφωνα με τα υποδεικνυόμενα στο σημείο (4.4.4.) και μετράται η απορρόφηση έναντι της βουτανόλης -1 (4.2.4.).

4.4.5.3. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία με 10, 15, 20, 25 ml προτύπου διαλύματος χρήσεως (4.2.15).

4.4.5.4. Για να ληφθεί η τιμή σημείου Ο (που αντιστοιχεί στο χρωματισμό των αντιδραστηρίων) ακολουθείται η διαδικασία (4.4.4.5.).

4.4.5.5. Σχεδιάζεται η καμπύλη αναφοράς, αφού αφαιρεθεί η τιμή του σημείου Ο από κάθε μια από τις τιμές απορρόφησης που καταγράφονται στα σημεία (4.4.5.1. και 4.4.5.3.). Ο νόμος του Beer ισχύει για ποσότητα φορμαλδεΰδης μέχρι 30mg.

4.5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ

4.5.1. Αφαιρείται το A2 από το A1 και διαβάζεται στην καμπύλη αναφοράς (4.4.5.5.5) η ποσότητα C, εκφρασμένη σε mg φορμαλδεΰδης, που περιέχεται στο διάλυμα του σημείου (4.4.1.).

4.5.2. Η περιεκτικότητα του δείγματος σε φορμαλδεΰδη (% m/m) υπολογίζεται από τον τύπο:

$$\text{φορμαλδεΰδη } \% = \frac{C}{10^3 \cdot m}$$

m= μάζα του δείματος ελέγχου σε g.

4.6. ΕΠΑΝΑΛΗΠΤΙΚΟΤΗΤΑ (1)

Για περιεκτικότητα σε φορμαλδεΰδη 0,2% η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων 2 παραλλήλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν στο ίδιο δείγμα, σε πρέπει να υπερβαίνει το:

0,005 % για το χρωματομετρικό προσδιορισμό με ακετυλακετόνη.

Αν από τον προσδιορισμό της ελεύθερης φορμαλδεΰδης προκύψουν αποτελέσματα ανώτερα από εκείνα που προβλέπει η οδηγία 76/768/ΕΟΚ, δηλαδή:

α) μεταξύ 0,05% και 0,2% για προϊόν χωρίς ετικέτα

β) πάνω από 0,2% για προϊόν με ή χωρίς ετικέτα, εφαρμόζεται υποχρεωτικά η μέθοδος που περιφράφεται στο σημείο (5).

5. ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΑΡΟΥΣΙΑΣ ΟΥΣΙΩΝ ΠΟΥ ΕΛΕΥΘΕΡΩΝΟΥΝ ΦΟΡΜΑΛΔΕΫΔΗ

5.1. ΑΡΧΗ

Η διαχωρισθείσα φορμαλδεΰδη μέτατρέπεται σε λουτιδινικό παράγωγο με ακετυλακετόνη σε μια μεταστήλη. Το σχηματισθέν παράγωγο ανιχνεύεται με απορρόφηση στα 420 nm.

5.2. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας και το νερό απϊονισμένο.

5.2.1. Νερό

5.2.2. Άνυδρο οξικό αμμώνιο

5.2.3. Οξικό οξύ $d_4^{20} = 1,05$

(1) Σύμφωνα με το πρότυπο ISO 5725.

5.2.4. Ακετυλακετόνη (διατηρείται στους 4° C.

5.2.5. Άνυδρο όξινο φωσφορικό νάτριο

5.2.6. Φωσφορικό οξύ 85% (d = 1,7)

5.2.7. Μεθανόλη

5.2.8. Διχλωρομεθάνιο

5.2.9. Φορμαλδεΰδη 37-40%

5.2.10. Υδροξείδιο του νατρίου 1 Μ

5.2.11. Υδροχλωρικό οξύ 1 Μ

5.2.12. Υδροχλωρικό οξύ 0,002 Μ

5.2.13. Διάλυμα αμύλου παρασκευασμένο σύμφωνα με την Ευρωπαϊκή Φαρμακοποιΐα

5.2.14. Τιτλοδοτημένο διάλυμα ιωδίου 0,05 Μ

5.2.15. Τιτλοδοτημένο διάλυμα θειοθειϊκού νατρίου 0,1 Μ

5.2.16. Κινούμενη φάση:

Υδατικό διάλυμα οξίνου φωσφορικού νατρίου (5.2.5) 0,006 Μ, του οποίου το pH ρυθμίζεται στην τιμή 2,1 με φωσφορικό οξύ (5.2.6.).

5.2.17. Αντιδραστήριο μεταστήλης:

Σε ογκομετρική φιάλη των 1000 ml διαλύονται:

- 62,5 g οξικού αμμωνίου (5.2.2.)
- 7,5 ml οξικού οξέος (5.2.3)
- 5 ml ακετυλακετόνης (5.2.4)

Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1000 ml με νερό (5.2.1.).

Το αντιδραστήριο αυτό προφυλάσσεται από το φως.

Διατήρηση: 3 ημέρες ή εφ' όσον δεν παρατηρείται εμφάνιση χρώματος.

5.2.18. Πρότυπο διάλυμα φορμαλδεΰδης: μητρικό διάλυμα

Σε ογκομετρική φιάλη των 1000 ml φέρονται 10 g φορμαλδεΰδης (5.2.9) και όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1000 ml με νερό.

Τιτλοδότηση του μητρικού διαλύματος:

Λαμβάνονται 5,00 ml προστίθενται 25,00 ml του τιτλοδοτημένου διαλύματος ιωδίου (5.2.14) και 10,00 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (5.2.10). Το μίγμα αφήνεται σε ηρεμία 5 min. Οξινίζεται με 11,00 ml HCL (5.2.11) και η περίσσεια του ιωδίου ογκομετρείται με τιτλοδοτημένο διάλυμα θειοθειΐκού νατρίου (5.2.15) παρουσία διαλύματος αμύλου (5.2.13) ως δείκτη 1 mil διαλύματος ιωδίου (5.2.14) που καταναλώνεται αντιστοιχεί σε 1,5 mg φορμαλδεΰδης.

5.2.19. Πρότυπο διάλυμα φορμαλδεΰδης - διάλυμα χρήσεως

Παρασκευάζεται αραίωση 1/100 του μητρικού διαλύματος στην κινούμενη φάση (5.2.16), 1,00 ml του διαλύματος αυτού περιέχει περίπου 37 mg φορμαλδεΰδης. Υπολογίζεται η ακριβής περιεκτικότητά του.

5.3. ΣΥΣΚΕΥΕΣ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.3.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

5.3.2. Αντλία HPLC χωρίς διακυμάνσεις πίεσης

5.3.3. Αντλία χαμηλής πίεσης χωρίς διακυμάνσεις για το αντιδραστήριο ή μια δεύτερη αντλία HPLC

5.3.4. Δικλείδα έγχυσης εφοδιασμένη με δακτύλιο των 10 μl

5.3.5. Διάταξη μεταστήλης κατασκευασμένη ως εξής:

Τρίλαιμη σφαιρική φιάλη RIN3 του 1 λίτρου

+ θερμαντήρας του 1 λίτρου

+ 2 στήλες Vigreux τουλάχιστον 10 πλακών 2 RIN3 (αερόψυκτες)

+ ανοξείδωτος σωλήνας (για την ανταλλαγή θερμότητας) πάχους 1,6 mm - εσωτ. διαμ. 0,23 mm Μήκος = 400 mm.

+ σωλήνας Teflon πάχους 1,66 mm - εσωτ. διαμ. 0,30 mm Μήκος = 5 mm (TRICOTIN)

(Βλ. παράρτημα Ι)

+ 1 Ταυ χωρίς νεκρό χώρο (Valco ή ανάλογο)

+ 3 σύνδεσμοι Union χωρίς νεκρό χώρο

ή διάταξη μεταστήλης Applied Biosystems PCRS 520 ή ισοδύναμος εφοδιασμένη με αντιδραστήριο του 1 ml

5.3.6. Ηθμός μεμβράνης 0,45 μ

5.3.7. Φύσιγγα SEP PAKR C_{18} ή ανάλογη

5.3.8. Στήλες έτοιμες για χρήση

- Bischoff jypersil RP 18 τύπου NC, στοιχεία G 25.46 1805) πάχος 5 μ - μήκος = 250 mm - εσωτ. διαμ. = 4,6 mm)
- ή Dupont, Zorbax ODS

(πάχος 5 μ. - μήκος = 250 mm - εσωτ. διαμ. = 4,6 mm)

ή Phase SEP, spherisorb ODS 2 (πάχος 5 μ. - μήκος = 250 mm εσωτ. διαμ. = 4,6 mm)

5.3.9. Προστήλη

– Bischoff K_1 hypersil RP 18 (στοιχ. K_1 G 6301 1805) πάχους 5 μ. - Μήκος = 10 mm ή ανάλογη

5.3.10. Η στήλη και η προστήλη συνδέονται με σύστημα ECOTUBE (στοιχ. A 15020508 Bischoff) ή ανάλογο.

5.3.11. Το σύστημα (5.3.5.) συναρμολογείται όπως δείχνει το σχήμα του παραρτήματος 2. Οι συνδέσεις μετά τη δικλείδα έγχυσης πρέπει να είναι όσο το δυνατόν κοντύτερα. Σε αυτή την περίπτωση ο ανοξείδωτος σωλήνας, που τοποθετείται ανάμεσα στην έξοδο του αντιδραστήρα και την είσοδο του ανιχνευτή, αποσκοπεί στην ψύξη του μίγματος πριν από την ανίχνευση. Η θερμοκρασία μέσα στον ανιχνευτή δεν είναι γνωστή αλλά παραμένει σταθερή.

5.3.12. Ανιχνευτής ορατού - υπεριώδους 25 VIS.

5.3.13. Καταγραφέας

5.3.14. Φυγόκεντρος

5.3.15. Λουτρό υπερήχων

5.3.16. Δονητικός αναδευτήρας (τύπου Vortex ή ανάλογος)

5.4. ΠΟΡΕΙΑ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

5.4.1. Καμπύλη αναφοράς ευρίσκεται με μέτρηση των υψών των κορυφών που εξαρτώνται από τη συγκέντρωση. Τα πρότυπα διαλύματα παρασκευάζονται με αραίωση του προτύπου διαλύματος της φορμαλδεΰδης (5.2.19) στην κινούμενη φάση (5.2.16).

– 1,00 ml προτύπου διαλύματος (5.2.19) αραιωμένο στα 20,00 ml περίπου 185 μg/100 ml

– 2,00 ml προτύπου διαλύματος (5.2.19) αραιωμένο στα 20,00 ml περίπου 370 μg/100 ml

– 5,00 ml προτύπου διαλύματος (5.2.19) αραιωμένο στα 25,00 ml περίπου 740 μg/100 ml

– 5,00 ml προτύπου διαλύματος (5.2.19) αραιωμένο στα 20,00 ml περίπου 925 μg/100 ml

Τα πρότυπα διαλύματα φυλάσσονται 1 ώρα σε θερμοκρασία δωματίου και πρέπει να έχουν παρασκευασθεί πρόσφατα. Η γραμμικότητα της καμπύλης αναφοράς είναι καλή για τις συγκεντρώσεις που κυμαίνονται μεταξύ 1,0 και 15 μg/ml.

5.4.2. Προετοιμασία των δειγμάτων

5.4.2.1. Γαλακτώματα

(κρέμες, fon de teint, eyeliner)

Σε φιαλίδιο με πώμα των 100 ml, ζυγίζονται με ακρίβεια 0,001 g, μάζα (m) του προς έλεγχο δείγματος που αντιστοιχεί σε κατ' εκτίμηση ποσότητα φορμαλδεΰδης περίπου 100 μg. Προστίθενται 20,00 ml διχλωρομεθανίου (5.2.8) και 20,00 ml υδροχλωρικού οξέος (5.2.12) μετρημένα με ακρίβεια. Το σύνολο αναδεύεται στο δονητικό αναδευτήρα (5.3.16) και με υπερήχους (5.3.15). Οι δύο στοιβάδες διαχωρίζονται με φυγοκέντρηση (3.000 g, 2 min). Παράλληλα, εκπλύνεται μια φύσιγγα (5.3.7) με 2,00 ml μεθανόλης (5.2.7) και κατόπιν ρυθμίζεται με 5,00 ml, νερού (5.2.1), 4,00 ml της υδατικής στοιβάδας του εκχυλίσματος διοχετεύονται μέσω της ρυθμισμένης φύσιγγας. Τα πρώτα 2 ml απορρίπτονται και συλλέγεται το επόμενο κλάσμα

5.4.2.2. Λοσιόν, σαμπουάν

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml ζυγίζεται με ακρίβεια 0,001 g, ποσότητα δείγματος m (σε g), που αντιστοιχεί σε κατ' εκτίμηση ποσότητα φορμαλδεΰδης περίπου 500 μg. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με την κινούμενη φάση (5.2.16). Το διάλυμα συμπληρώνεται με τον ηθμό (5.3.6.) και εγχέεται ή διοχετεύεται σε φύσιγγα (5.3.7), η οποία έχει ρυθμιστεί όπως στο (5.4.2.1.). Όλα τα διαλύματα πρέπει να εγχέονται αμέσως μετά την παρασκευή τους.

5.4.3. Συνθήκες της χρωματογραφίας

– Παροχή της κινούμενης φάσης: 1ml/min

– Παροχή του αντιδραστηρίου: 0,5 ml/min

– Ολική παροχή στην έξοδο του ανιχνευτή: 1,5 ml/min

– Εισαγόμενος όγκος: 10 μl.

– Θερμοκρασία έκλουσης: στους δύσκολους διαχωρισμούς η στήλη βυθίζεται σε παγόλουτρο:

περιμένετε να αποκατασταθεί ισορροπία στις θερμοκρασίες (15 έως 20 min) .

– Θερμοκρασία της αντίδρασης μεταστήλης: 100° C.

– Ανίχνευση: 420 nm.

ΣΗΜΕΙΩΣΗ:

Το σύνολο του συστήματος χρωματογραφίας και μεταστήλης πρέπει να εκπλύνεται με νερό (5.2.1.) μετά τη χρήση. Σε περίπτωση διακοπής της λειτουργίας του για περισσότερο από 2 ημέρες, ακολουθεί έκπλυση με μεθανόλη (5.2.7). Πριν επαναρυθμιστούν οι συνθήκες του συστήματος, διοχετεύεται νερό για να αποφευχθούν οι ανακρυσταλλώσεις.

5.5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΙ

ΓΑΛΑΚΤΩΜΑΤΑ (σύμφωνα με το 5.4.2.1)

% περιεχτικότητα σε φορμαλδεΰδη (m/m):

$$\frac{C \cdot 10^{-6} \cdot 100}{5 \cdot m} = \frac{C \cdot 10^{-4}}{5 \cdot m}$$

Λοσιόν, σαμπουάν: (σύμφωνα με το 5.4.2.2.)

Ο τύπος γίνεται:

$$\frac{C \cdot 10^{-6} \cdot 100}{5 \cdot m} = \frac{C \cdot 10^{-4}}{5 \cdot m}$$

m = η μάζα σε g του δείγματος που υποβάλλεται σε ανάλυση.

C = η συγκέντρωση φορμαλδεΰδης σε μg/1001 ml όπως διαβάζεται στην καμπύλη αναφοράς (5.4.1.).

5.6. ΕΠΑΝΑΛΗΠΤΙΚΟΤΗΤΑ (1)

Για περιεκτικότητα σε φορμαλδεΰδη 0,2% η διαφορά των αποτελεσμάτων 2 παραλλήλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,005%.

Για περιεκτικότητα σε φορμαλδεΰδη 0,05% η διαφορά των αποτελεσμάτων 2 παραλλήλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,001%.

(1) Σύμφωνα με το πρότυπο ISO 5725.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ 1

ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ ΠΛΕΓΜΑΤΟΣ

ΕΞΑΡΤΗΜΑΤΑ ΠΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΟΥΝΤΑΙ ΓΙΑ ΤΗ ΔΗΜΙΟΥΡΓΙΑ ΤΟΥ ΠΛΕΓΜΑΤΟΣ

.1 ξύλινος κύλινδρος:

εξωτερικής διαμέτρου 5 cm στο μέσο του οποίου διανοίγεται τρύπα 1,5 cm. Καρφώνονται τέσσερις χαλύβδινες ακίδες με τρόπο ώστε να είναι ισοδιάστατη (βλ. σχεδιάγραμμα του κυλίνδρου σχ. 1 και σχ. 2). Η απόσταση μεταξύ 2 ακίδων είναι 1,8 cm ενώ απέχουν 0,5 cm από την τρύπα.

.1 άκαμπο στέλεχος (είδος αγκίστρου) για το σχηματισμό των θηλιών από σωλήνα Teflon

, σωλήνας Teflon πάχους 1,6 mm– εσωτ. διαμ. 0,3 mm Μήκος = 5 μέτρα.

ΔΗΜΙΟΥΡΓΙΑ ΤΟΥ ΠΛΕΓΜΑΤΟΣ

Για να αρχίσει να σχηματίζεται το πλέγμα, πρέπει ο σωλήνας TEFLON να περάσει, από πάνω προς τα κάτω, μέσα από την κεντρική τρύπα του κυλίνδρου (αφήνοντας να περισσεύουν από τη χαμηλότερη πλευρά περίπου 10 cm σωλήνα, ώστε να είναι δυνατόν να τραβηχτεί ελαφρά η κατασκευαζόμενη αλυσίδα) έπειτα, ο σωλήνας τυλίγεται γύρω από καθεμία από τις 4 ακίδες ώστε να συμπληρωθεί ο πρώτος κύκλος (βλ. σχ. 3).

Η είσοδος και η έξοδος του πλέγματος στερεώνεται με δακτυλίους και πιεστικούς κοχλίες προσοχή να μη συνθλιβεί το TEFLON κατά την ένωση.

Από τη δεύτερη σειρά και για τις επόμενες, ο σωλήνας περνά από την εξωτερική πλευρά κάθε ακίδας για να σχηματισθεί έπειτα θηλιά ως εξής:

– ο σωλήνας της χαμηλότερης σειράς περνά πάνω από το σωλήνα της επόμενης με τη βοήθεια του άκαμπτου στελέχους (βλ. σχ. 4).

Η εργασία αυτή επαναλαμβάνεται σε καθεμία από τις ακίδες 1-2-3-4- με τη σειρά και μέχρι να εξαντληθούν τα 5 μέτρα ή να επιτευχθεί το επιθυμητό μήκος.

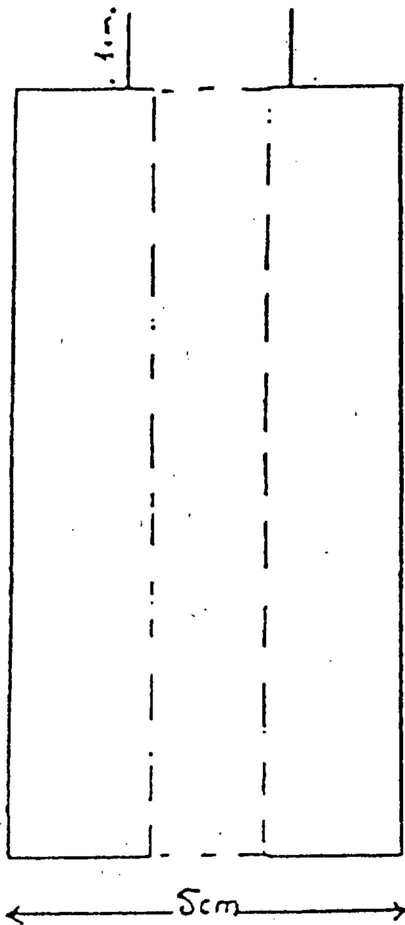
Αφήνονται 10 cm σωλήνα περίπου για να κλείσει η αλυσίδα. Ο σωλήνας περνά μέσα από μιά από τις 4 θηλιές και τραβιέται ελαφρά: με τον τρόπο αυτό κλείνει η αλυσίδα.

Σημ: Υπάρχουν στην αγορά έτοιμα πλέγματα για αντιδράσεις μεταστήλης (SUPELCO).

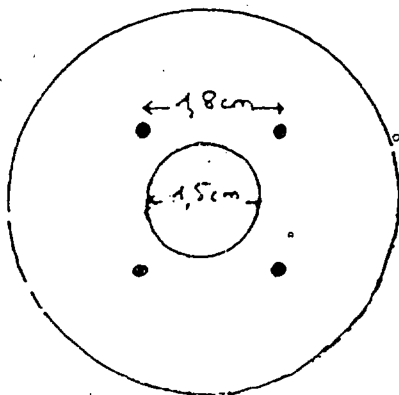
ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ 1 (συνέχεια)

Σχεδιάγραμμα του κυλίνδρου

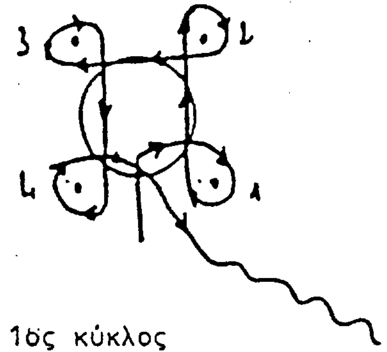
Σχήμα 1



Σχήμα 2

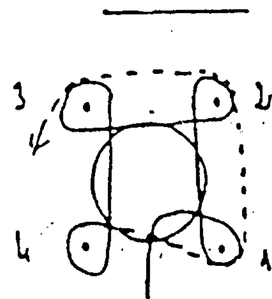


Σχήμα 3



1ος κύκλος

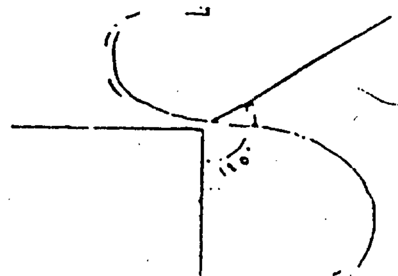
Σχήμα 4



2ος κύκλος

Για να σχηματιστεί η θηλιά λαμβάνεται ο κάτω σωλήνας (συνεχής γραμμή) και φέρεται πάνω από το 2ο σωλήνα (διακεκομμένη γραμμή)

Σχήμα 5



ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ 2

1 – Αντλία HPLC . 5.3.2
2 – Δικλείδα έγχυσης 5.3.4
3 – Στήλη με προστήλη
4 – Αντλία αντιδραστηρίου
5 – Ταυ χωρίς νεκρό χώρο
5′ – Ταυ (VORTEX)
6–6′ – Σύνδεσμος UNION χωρίς νεκρό χώρο
7 – Πλέγμα
7′ – Αντιδραστήρας
8 – Τρίλαιμη φιάλη με βραστό νερό
9 – Θερμαντήρας
10 – Ψυκτήρας
11 – Ανοξείδωτος σωλήνας – εναλλάκτης θερμότητας
11 – Εναλλάκτης θερμότητας
12 – Ανιχνευτής ορατού – υπεριώδους
13 – Διάταξη μεταστήλης PCRS 520

5.3.5

Μέσο έκλουσης

Αντιδραστήριο

Άρθρο 3

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 5 Φεβρουαρίου 1991

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΑΝΑΠΛΗΡΩΤΗΣ
ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ
ΕΥΘ. ΧΡΙΣΤΟΔΟΥΛΟΥ

ΑΝΑΠΛΗΡΩΤΗΣ
ΥΓΕΙΑΣ, ΠΡΟΝ. ΚΑΙ ΚΟΙΝ. ΑΣΦΑΛΙΣΕΩΝ
Γ. ΣΟΥΡΛΑΣ

ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ

Εκδίδει την ΕΦΗΜΕΡΙΔΑ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ από το 1833

Διεύθυνση : Καποδιστρίου 34
Ταχ. Κώδικας: 104 32
TELEX : 22.3211 YPET GR

Οι Υπηρεσίες του **ΕΘΝΙΚΟΥ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟΥ** λειτουργούν καθημερινά από **8.00'** έως **13.30'**

ΧΡΗΣΙΜΕΣ ΠΛΗΡΟΦΟΡΙΕΣ

* Πώληση ΦΕΚ όλων των Τευχών Καποδιστρίου 25 τηλ.: 52.39.762
* ΒΙΒΛΙΟΘΗΚΗ: Σολωμού 51 τηλ.: 52.48.188
* Για φωτοαντίγραφα παλαιών τευχών στην οδό Σολωμού 51 τηλ.: 52.48.141
* Τμήμα πληροφόρησης: Για τα δημοσιεύματα των ΦΕΚ τηλ.: 52.25.713 – 52.49.547

* Οδηγίες για δημοσιεύματα Ανωνύμων Εταιρειών και ΕΠΕ τηλ.: 52.48.785

Πληροφορίες για δημοσιεύματα Ανωνύμων Εταιρειών και ΕΠΕ τηλ.: 52.25.761

* Αποστολή ΦΕΚ στην επαρχία με καταβολή της αξίας του δια μέσου Δημοσίου Ταμείου Για πληροφορίες: τηλ.: 52.48.320

Τιμές κατά τεύχος της ΕΦΗΜΕΡΙΔΑΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ:

Κάθε τεύχος μέχρι 8 σελίδες δρχ. 50. Από 9 σελίδες μέχρι 16 δρχ. 80, από 17 έως 24 δρχ. 100

Από 25 σελίδες και πάνω η τιμή πώλησης κάθε φύλλου (8σέλιδου ή μέρους αυτού) αυξάνεται κατά 30 δρχ.

Μπορείτε να γίνετε συνδρομητής για όποιο τεύχος θέλετε. Θα σας αποστέλλεται με το Ταχυδρομείο.

ΕΤΗΣΙΕΣ ΣΥΝΔΡΟΜΕΣ

Κωδικός αριθ. κατάθεσης στο Δημόσιο Ταμείο 2531			Κωδικός αριθ. κατάθεσης στο Δημόσιο Ταμείο 3512	
Η ετήσια συνδρομή είναι:			Ποσοστό 5% υπέρ του Ταμείου Αλληλοβοηθείας του Προσωπικού (ΤΑΠΕΤ)	
α) Για το Τεύχος Α'	Δρχ.	10.000	Δρχ.	500
β) » » » Β'	»	19.000	»	950
γ) » » » Γ'	»	6.000	»	300
δ) » » » Δ'	»	18.000	»	900
ε) » » » Αναπτυξιακών Πράξεων	»	12.000	»	600
στ) » » » Ν.Π.Δ.Δ.	»	6.000	»	300
ζ) » » » ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ	»	3.000	»	150
η) » » » Δελτ. Εμπ.& Βιομ. Ιδ.	»	6.000	»	300
θ) » » » Αν. Ειδικού Δικαστηρίου	»	1.500	»	75
ι) » » » Α.Ε. & Ε.Π.Ε.	»	40.000	»	2.000
ια) Για όλα τα Τεύχη	»	85.000	»	4.250

Πληροφορίες: τηλ. 52.48.320